

日 本 国 特 許 庁
PATENT OFFICE
JAPANESE GOVERNMENT

Jc997 U.S. PTO
09/780355
02/12/01

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日
Date of Application: 2000年 2月17日

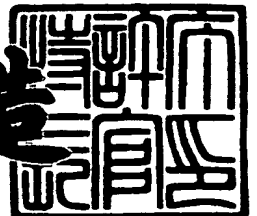
出 願 番 号
Application Number: 特願2000-039389

出 願 人
Applicant(s): 信越化学工業株式会社

2000年 9月 8日

特許庁長官
Commissioner,
Patent Office

及 川 耕 造



出証番号 出証特2000-3071939

【書類名】 特許願

【整理番号】 P119144

【提出日】 平成12年 2月17日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C30B 25/08

【発明者】

【住所又は居所】 群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越化学工業株式会社 精密機能材料研究所内

【氏名】 木村 昇

【発明者】

【住所又は居所】 群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越化学工業株式会社 精密機能材料研究所内

【氏名】 佐藤 健司

【発明者】

【住所又は居所】 群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越化学工業株式会社 精密機能材料研究所内

【氏名】 関 勝来

【特許出願人】

【識別番号】 000002060

【氏名又は名称】 信越化学工業株式会社

【代理人】

【識別番号】 100102532

【弁理士】

【氏名又は名称】 好宮 幹夫

【電話番号】 03-3844-4501

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 043247

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9506287

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 熱分解窒化ホウ素製二重容器およびその製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 分子線エピタキシーで用いる分子線源用熱分解窒化ホウ素製二重容器において、該熱分解窒化ホウ素製二重容器の内容器の、波数 $2600\text{ cm}^{-1} \sim 6500\text{ cm}^{-1}$ の光の透過率が、外容器の 90% 以下であることを特徴とする熱分解窒化ホウ素製二重容器。

【請求項 2】 前記熱分解窒化ホウ素製二重容器の内容器外表面の表面粗さを粗し、前記内容器の光の透過率を、外容器の 90% 以下としたことを特徴とする請求項 1 に記載した熱分解窒化ホウ素製二重容器。

【請求項 3】 前記熱分解窒化ホウ素製二重容器の内容器に、窒素、ホウ素以外の元素をドーピングし、そのドーピング層の厚さ、面積、ドーピング濃度を調整して、前記内容器の光の透過率を、外容器の 90% 以下としたことを特徴とする請求項 1 または請求項 2 に記載した熱分解窒化ホウ素製二重容器。

【請求項 4】 前記元素をドーピングしたドーピング層を、熱分解窒化ホウ素製二重容器の内容器の内外全表面に露出しないようにしたことを特徴とする請求項 3 に記載した熱分解窒化ホウ素製二重容器。

【請求項 5】 前記熱分解窒化ホウ素にドーピングする元素は、Si、C、Al から選択される 1 種以上の元素であることを特徴とする請求項 3 または請求項 4 に記載した熱分解窒化ホウ素製二重容器。

【請求項 6】 前記熱分解窒化ホウ素製二重容器の内容器の厚さを厚くし、前記内容器の光の透過率を、外容器の 90% 以下としたことを特徴とする請求項 1 乃至請求項 5 のいずれか 1 項に記載した熱分解窒化ホウ素製二重容器。

【請求項 7】 熱分解窒化ホウ素製二重容器の内容器の光の透過率が、内容器の高さ方向に変化する分布を有することを特徴とする請求項 1 乃至請求項 6 のいずれか 1 項に記載した熱分解窒化ホウ素製二重容器。

【請求項 8】 前記熱分解窒化ホウ素製二重容器の内容器の光の透過率が、内容器の開口部側で低くなっていることを特徴とする請求項 7 に記載した熱分解窒化ホウ素製二重容器。

【請求項 9】 前記熱分解窒化ホウ素製二重容器の内容器の光の透過率が、内容器の開口部側で高くなっていることを特徴とする請求項 7 に記載した熱分解窒化ホウ素製二重容器。

【請求項 10】 前記熱分解窒化ホウ素製二重容器の内容器と外容器の間に隙間があることを特徴とする請求項 1 乃至請求項 9 のいずれか 1 項に記載した熱分解窒化ホウ素製二重容器。

【請求項 11】 前記熱分解窒化ホウ素製二重容器の内容器と外容器の間の隙間が、0.2～30mmであることを特徴とする請求項 10 に記載した熱分解窒化ホウ素製二重容器。

【請求項 12】 分子線エピタキシーで用いる分子線源用熱分解窒化ホウ素製二重容器の製造方法において、CVD 反応によって得られた熱分解窒化ホウ素製二重容器の内容器及び外容器のうち、前記内容器の成形体の外表面を粗し、外表面における光の散乱量を調整することによって、該内容器の、波数 $2600\text{ cm}^{-1} \sim 6500\text{ cm}^{-1}$ の光の透過率を、外容器の 90% 以下とすることを特徴とする熱分解窒化ホウ素製二重容器の製造方法。

【請求項 13】 CVD 反応による生成物をグラファイト製の心金上に蒸着させ、その後心金と分離することによって成形体を得る分子線エピタキシーで用いる分子線源用熱分解窒化ホウ素製二重容器の製造方法において、内容器の CVD 反応時に、ドーパガスを導入することによって、熱分解窒化ホウ素中にドーパ層を形成する工程を有し、このドーパ層の厚さ、面積、ドーパ濃度を調整することによって、該内容器の、波数 $2600\text{ cm}^{-1} \sim 6500\text{ cm}^{-1}$ の光の透過率を、外容器の 90% 以下とすることを特徴とする熱分解窒化ホウ素製二重容器の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、分子線エピタキシー (Molecular Beam Epitaxy, 以下 MBE と略称する。) 法において分子線源を収容する熱分解窒化ホウ素製二重容器に関するものである。

【 0 0 0 2 】

【従来の技術】

MBE法は、薄膜成長室を $10^{-6} \sim 10^{-11}$ Torrという超高真空とし、分子線源となる原料を充填した容器を例えば $500^{\circ}\text{C} \sim 1500^{\circ}\text{C}$ に加熱して、熔融原料から発生する分子線を加熱された基板上に当てることにより、数原子層レベルの制御が可能な薄膜の製造方法である。特に、GaAs等の化合物半導体のエピタキシャル膜の製造には広く用いられており、分子線源容器の材質としては純度、耐熱性、強度等の点から化学気相蒸着（以下、CVDと略称する。）反応による熱分解窒化ホウ素（PNB）が広く用いられている。

【 0 0 0 3 】

従来、このようなMBE法においては、原料ビームを発生させるために原料を昇温させ、エピ層の成長が終わると、短時間の場合はシャッターによりビームのON-OFFを行うが、長時間にわたり休止する場合は原料を降温させる。また、停電等の非常時にも降温する。そして、成長を再開する時は再度原料を昇温させることになる。

この時、この温度の昇降温のために原料金属が膨張、収縮、凝固膨張、凝固収縮等することにより、容器に応力を発生させ、容器を破損させてしまうことがある。そして、容器外に漏出してヒーターその他の加熱部材、炉内部材に付着して、これらを腐食、変質せしめたり、破損やヒーターの短絡を生じたりすると言うトラブルを起こしていた。

【 0 0 0 4 】

そこで、このような容器破損対策として、従来より、弱い層で接合された二重、多重の熱分解窒化ホウ素製容器が提案されている。しかし、この方法では、収縮には強いが、大きく膨張する場合には効果がない場合もあった。

【 0 0 0 5 】

このような問題点を解決するために、外側と内側に若干の空間を持たせた二重容器も考えられている。しかし、この場合、内容器を加熱するには熱伝導、加熱効率が悪い、温度が安定しない等の不都合も生じるようになる。

【 0 0 0 6 】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は、このような問題点に鑑みなされたもので、分子線が安定して発生し、温度制御性がよく、加熱効率もよく、しかも安定使用が可能な熱分解窒化ホウ素製二重容器を、簡単かつ低コストで提供し、分子線エピタキシー操業の安定化とエピタキシャル膜の品質向上をはかり、繰り返し昇降温しても、あるいは非常の停止時も容器破損によるトラブルをなくすことを主目的とする。

【0007】

【課題を解決するための手段】

このような課題を解決するため、本発明は、分子線エピタキシーで用いる分子線源用熱分解窒化ホウ素製二重容器において、該熱分解窒化ホウ素製二重容器の内容器の、波数 $2600\text{ cm}^{-1} \sim 6500\text{ cm}^{-1}$ の光の透過率が、外容器の90%以下であることを特徴とする熱分解窒化ホウ素製二重容器である（請求項1）。

【0008】

このように、分子線エピタキシーで用いる分子線源用熱分解窒化ホウ素製二重容器で内容器が外容器の90%以下のIR透過率にすることにより、外側からの放射熱を該二重容器の外容器より内容器の方が吸収して、内容器を効率的に加熱することができる。好ましくは、内容器のIR透過率を外容器の70%以下とすればさらによい。

このようにして、温度制御性がよく、加熱効率もよく、しかも安定使用が可能な熱分解窒化ホウ素製二重容器であって、繰り返し昇降温しても、また非常の停止時も容器破損によるトラブルのないものとすることができる。

【0009】

この二重容器の内容器のIR透過率が外容器の90%を超えると、放射熱が外容器の方に吸収され易く、内容器の温度を十分高くすることができなくなってしまう。そして、温度制御が不安定になり、エピタキシャル膜質低下の原因となる。

【0010】

そして、本発明では、熱分解窒化ホウ素製二重容器の内容器の、波数 2600

$\text{cm}^{-1} \sim 6500 \text{ cm}^{-1}$ の光の透過率が、外容器の90%以下とするのに、熱分解窒化ホウ素製二重容器の内容器外表面の表面粗さを粗し、前記内容器の光の透過率を、外容器の90%以下とすることができる（請求項2）。

【0011】

また、本発明は、分子線エピタキシーで用いる分子線源用熱分解窒化ホウ素製二重容器の製造方法において、CVD反応によって得られた熱分解窒化ホウ素製二重容器の内容器及び外容器のうち、前記内容器の成形体の外表面を粗し、外表面における光の散乱量を調整することによって、該内容器の、波数 $2600 \text{ cm}^{-1} \sim 6500 \text{ cm}^{-1}$ の光の透過率を、外容器の90%以下とすることを特徴とする熱分解窒化ホウ素製二重容器の製造方法である（請求項12）。

【0012】

このように、内容器のIR透過率が、外容器の90%以下の熱分解窒化ホウ素製二重容器は、内容器の外表面の粗さを粗くして外表面で輻射光を散乱させることによって、製造することができる。

【0013】

次に、本発明では、熱分解窒化ホウ素製二重容器の内容器に、N、B以外の元素をドーピングし、そのドーピング層の厚さ、面積、ドーピング濃度を調整して、前記内容器の光の透過率を、外容器の90%以下としたものとする（請求項3）。

【0014】

また、本発明は、CVD反応による生成物をグラファイト製の心金上に蒸着させ、その後心金と分離することによって成形体を得る分子線エピタキシーで用いる分子線源用熱分解窒化ホウ素製二重容器の製造方法において、内容器のCVD反応時に、ドーピングガスを導入することによって、熱分解窒化ホウ素中にドーピング層を形成する工程を有し、このドーピング層の厚さ、面積、ドーピング濃度を調整することによって、該内容器の、波数 $2600 \text{ cm}^{-1} \sim 6500 \text{ cm}^{-1}$ の光の透過率を、外容器の90%以下とすることを特徴とする熱分解窒化ホウ素製二重容器の製造方法である（請求項13）。

【0015】

このように、内容器のIR透過率が外容器の90%以下である熱分解窒化ホウ素製二重容器は、熱分解窒化ホウ素をCVD反応生成する際にドーパガスを導入することによってドーパ層を形成し、このドーパ層の厚さ、面積、ドーパ濃度を調整することによっても作製することができる。

そしてこの場合も、熱分解窒化ホウ素の物性を変化させることによって、内容器のIR透過率を外容器の90%以下にすることになる。

また、内容器をPG（熱分解グラファイト）のような他の材料と複合してもよい。この場合、外側に外容器があるため、不純物による汚染、ヒータ部のショートといった問題も発生し難いという利点もある。

【0016】

この場合、元素をドーパしたドーパ層を、熱分解窒化ホウ素製二重容器の内容器の内外全表面に露出しないようにすれば（請求項4）、原料融液がドーパントによって汚染される危険性はさらにはない。

このドーパ層の露出を避けるには、容器製造中のCVD反応の途中でドーパガスを導入すればよく、極めて簡単に行うことができる。

【0017】

そして、この熱分解窒化ホウ素にドーパする元素は、Si、C、Alから選択される1種以上の元素とするのが好ましい（請求項5）。

これらは、IRの吸収率が高く、かつ簡単にドーパできるからである。ただし、本発明において使用可能なドーパ元素としてはこれらに限定されるものではない。

【0018】

また、本発明は、熱分解窒化ホウ素製二重容器の内容器の厚さを厚くし、内容器の光の透過率を、外容器の90%以下とすることができる（請求項6）。

このように外容器より内容器の方を肉厚にすることにより、内容器の光の透過率を、外容器の90%以下とした熱分解窒化ホウ素製二重容器を得ることができる。

【0019】

そして、本発明は、熱分解窒化ホウ素製二重容器の内容器の光の透過率が、内

容器の高さ方向に変化する分布を有することを特徴とする熱分解窒化ホウ素製二重容器である（請求項7）。

このように内容器のIR透過率に分布を持たせることにより、内容器の温度分布を所望の分布にコントロールすることができるため、例えば原料の這い上がり現象、内容器上部での原料の付着を効果的に抑制することができる。

【0020】

この場合、熱分解窒化ホウ素製二重容器の内容器の光の透過率が、内容器の開口部側で低く（請求項8）、あるいは高くすることができる（請求項9）。

このように内容器のIR透過率が、開口部側で低くなるような分布を持たせることによって、内容器上部の温度を高くし、この部分への原料の付着あるいは這い上がり現象を抑制することができる。また、原料の種類によっては、熱分解窒化ホウ素との濡れ性が相違するため、内容器上部の温度を下げた方が、這い上がり現象を抑制できる場合もあるので、内容器の開口部側でIR透過率を高くしてもよい。

【0021】

また、本発明は、特に熱分解窒化ホウ素製二重容器の内容器と外容器の間に隙間がある場合に有効である（請求項10）。

従来、このように内容器と外容器の間に隙間を持たせた二重容器では、内容器を加熱する際、熱伝導、加熱効率が悪く、温度が安定しない等の問題があったが、本発明により、このような問題は解消された。

【0022】

この場合、内容器と外容器との隙間が、0.2～30mmとするのがよい（請求項11）。

この隙間が0.2mmより小さければ、例えば内容器が割れた時、同時に外容器も割れてしまうことがある。

また、この隙間が30mmより大きければ、隙間が大き過ぎるために内容器が小さくなり、その結果原料の容量が減り、短時間で原料がなくなってしまうことがある。このように原料がなくなった場合には、エピ成長を止めてリチャージあるいは容器の交換をする必要がある。つまり、原料の容量が少ないと、エピ成長

を連続してできる時間が短くなり、またリチャージ等のメンテナンスを頻繁に行う必要がある等の不利が生じる。

従って、内容器と外容器との隙間が0.2～30mmであれば、内容器と共に外容器も破損することはなく、効率の良い、しかも安定使用が可能な熱分解窒化ホウ素製二重容器とすることができる。

【0023】

【発明の実施の形態】

以下、本発明の実施形態につき更に詳述するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

本発明者らはMBE法におけるルツボで分子線の発生を安定化させるために、二重容器の内容器の方が外容器よりIRの吸収率がよく、従って温度制御性がよく、加熱効率もよく、しかも安定使用が可能な熱分解窒化ホウ素製二重容器を発想し、これには熱分解窒化ホウ素製二重容器自体の輻射線の透過率を内容器が外容器の90%以下にすることが有効であることを見出し、本発明を完成させたものである。

【0024】

ここで、本発明の二重容器を装着した分子線発生装置を用いるMBE成長方法を図1により説明しておく。

MBE装置7は、チャンバー8内にセットされたウエーハ9と分子線発生装置1とから構成され、分子線発生装置1は本発明のPBN製内容器3とPBN製外容器2からなる二重容器を内蔵し、该内容器3内の分子線原料6をヒータ4で加熱して分子線を発生させている。この分子線は该内容器3からウエーハ9に向かって放出され、ウエーハ表面にエピタキシャル膜を析出、成長させている。分子線原料6の温度は熱電対5で測定し温度制御を行っている。

【0025】

本発明の内容器3は、これを装着することで、分子線が安定して発生し、温度制御性がよく、加熱効率もよく、しかも安定使用が可能な熱分解窒化ホウ素製二重容器を、簡単かつ低コストで提供し、分子線エピタキシー操業の安定化とエピタキシャル膜の品質向上をはかり、繰り返し昇降温しても、また非常の停止時も

容器破損によるトラブルを防止するものである。

すなわち、熱分解窒化ホウ素製二重容器のIR透過率を内容器が外容器の90%以下のものとすれば、前述の通常の二重容器の場合のような、加熱効率低下、制御不安定といった問題を解決することができる。

【0026】

本発明者らはまず、MBE法の二重容器において問題となる輻射線の波数について検討してみた。MBE法でビーム源を発生させるのに用いられる温度領域は約500～1,600℃とされるが、この時の最大エネルギー伝熱波長 λ_{\max} は、下記の(1)式で表される。

$$\lambda_{\max} = 2,898 (\mu\text{m} \cdot \text{K}) / T \quad \dots (1)$$

(ここでTは絶対温度である。)

そこで、上記温度領域について、(1)式から λ_{\max} を求め、これを波数に換算すると、 $2600\text{cm}^{-1} \sim 6500\text{cm}^{-1}$ という値が得られる。したがって、この $2600\text{cm}^{-1} \sim 6500\text{cm}^{-1}$ の光の透過率を下げ、吸収を上げることによって、二重容器の内容器の熱吸収を上げることが可能となる。

【0027】

そして、例えば熱源として分子線源容器を囲繞するように配置したタンタルヒータのような抵抗加熱方式を用いた場合には、熱は輻射熱により二重容器外部より供給されることになるが、この輻射線が二重容器である熱分解窒化ホウ素製外容器に吸収されると、外容器だけが加熱されることになり、熱分解窒化ホウ素製内容器は低温化してしまう。

そこで、熱分解窒化ホウ素製二重容器の内容器の、 $2600\text{cm}^{-1} \sim 6500\text{cm}^{-1}$ の光の透過率を、外容器の90%以下にすれば、内容器の温度を高く保つことができ、効率よく加熱することができる。

【0028】

そして、本発明者らはこのMBE法で用いられる熱分解窒化ホウ素製二重容器の内容器自体の $2600\text{cm}^{-1} \sim 6500\text{cm}^{-1}$ の光の透過率を、外容器の90%以下にする方法として、次の三つの方法を開発した。

その(1)はPBNの内容器外表面の粗さを変化させ、光の散乱量を変化させる方法であり、その(2)はPBNに元素をドーブし、そのドーブ層の厚さ、面積、ドーブ濃度を変化させる方法であり、その(3)は内容器を外容器より肉厚にする方法である。

【0029】

以下、これらの方法につき一つずつ詳述する。

(1) PBN製二重容器の内容器外表面の表面粗さを粗し、光の散乱量を変化させる方法。

PBN製二重容器の $2600\text{ cm}^{-1} \sim 6500\text{ cm}^{-1}$ の光の透過率、吸光係数は、PBNの表面状態、すなわち表面粗さを調整することによって変化する。表面粗さを調整することにより、透過率を変化させることができ、例えば熱分解窒化ホウ素製内容器の外表面を#320のペーパーで磨けば、透過率の小さいものとなる。

【0030】

この場合、内容器外表面の粗さを調整することにより、透過率を自在に制御することができる。また、容器の開口部側と底部側とで粗さを変化させることにより、透過率に分布を持たせることも容易である。

【0031】

(2) PBNに元素をドーブする方法。

これはCVD反応によりPBNを蒸着する場合に、ドーブガスを導入し、PBNに所望元素をドーブすることによって、簡単かつ確実に内容器の透過率を下げるができる方法である。

【0032】

この場合、ドーブする元素としては、PBNのIR透過率を変更することができるものであれば原則として何を用いてもよいが、ドーブガスにより簡単にドーブすることが可能である等の点から、Si、C、Alから選択される1種以上の元素とすればよい。

そして、CVD反応により心金上にPBNを蒸着する際に、ドーブガスとして例えば、 SiCl_4 、 CH_4 、 $\text{Al}(\text{CH}_3)_3$ 等のドーブ元素を含む

ガスを導入することによって、PBN中にこれらの元素をドーブしたドーブ層を形成することができる。

【0033】

このドーブ層は、PBN製二重容器内容器全体としてもよいし、内容器の一部のどの位置に形成することも可能であり、例えば二重容器の内容器外表面に形成してもよいが、外表面に形成すると分子線源二重容器内に収容される原料融液を汚染する恐れがある場合、内容器外表面にドーブ層が露出しないようにするのがよい。一般的に、内容器外表面で形成するか、またはPBN層中で形成されるようにすれば、ドーブ層は二重容器の内外表面に露出しないので、原料融液がこれらのドーブ元素によって汚染される心配もなくなる。この露出を避けるには、CVD反応の中間でドーブガスを導入してドーブ層をPBN層の中間に形成させればよい。

【0034】

そして、このドーブ層の厚さ、面積、ドーブ濃度等を調整することによって、PBN製二重容器の $2600\text{ cm}^{-1} \sim 6500\text{ cm}^{-1}$ の光の透過率を自在にコントロールすることができる。

【0035】

このドーブ層の厚さを制御するには、例えばCVD反応中にドーブガスを導入する時間を調整すれば良いし、ドーブ濃度の制御は、導入されるガス中のドーブガスの濃度を調整することによって簡単に行うことができる。また、ドーブ層の厚さや面積に分布をつけるには、ドーブ反応終了後ドーブ層を機械的に研磨する等の操作によって簡単に行うことができる。従って、容器の高さ方向に透過率が変化する分布を有するものも容易に作製できる。

【0036】

(3) 内容器を外容器より肉厚にする方法。

PBN製二重容器の内容器と外容器の厚さを変えるには、PBNの成長時間を変える、あるいは成長後機械加工により厚さを変える等が可能である。従って、内容器のCVD反応時間を長くすればよく、これによって簡単に内容器の透過率を外容器の90%以下とすることができる。容器の高さ方向に分布をつけるには

、加工して厚さを変化させればよい。

【0037】

【実施例】

以下、本発明の実施例および比較例を示す。

ここで、図2はCVD反応により本発明のPBN製二重容器を作製するCVD反応炉の概略断面図である。

【0038】

(実施例1)

図2において、まず、黒鉛製円筒型CVD反応炉20内に、上部開口部に鰐のある二重容器の形状をしたグラファイト製の心金21を反応ガスに接触させ、これを回転させながら所望の厚さになるまでCVD反応によりPBNの析出を行う。

【0039】

CVD反応は、CVD反応炉20に三塩化ホウ素2L/min、アンモニア5L/minを供給し、炉の中心における平均圧力4 Torr、1900℃の条件で反応させて、厚さが0.8mmで上部開口部の直径20mm、高さ40mmの上部開口部に鰐を有するMBE法用PBN製容器を作製した。反応終了後、PBNと心金を分離し、機械的に加工を施し内容器を得る。またこれより、直径5mm、高さ5mm大きいグラファイト製心金を用い、内容器と同様に反応させ、加工し外容器を得、これら二つを合わせてPBN製二重容器を製造した。この二重容器の内容器と外容器の隙間は、径方向に1.7mm、底部に5.0mmとした。

【0040】

こうして得られたPBN製二重容器の $2600\text{ cm}^{-1} \sim 6500\text{ cm}^{-1}$ における光の透過率を、IRスペクトルメータ(FTIR-710 NICOLET社製)で測定した。

【0041】

次に、このPBN製二重容器の内容器のみ外表面を#320のアルミナサンドペーパーで表面処理を行い、こうして外表面を粗くしたPBN製内容器と未処理

の外容器の 4800 cm^{-1} の光の透過率を測定し、これらの結果を表 1 に示す。

この組み合わせによる二重ルツボの中にアルミニウムを入れ、超高真空の MBE 装置内の分子線発生装置内で溶解し、 1100°C に保った。この時に要した電力も表 1 に併記する。

【0042】

(実施例 2)

次に、上記実施例 1 と同様な条件、方法で CVD 反応させ、心金上に二重容器の内容容器を形成して原料供給を停止した。続いて 1 Torr の減圧下、 1600°C に降温し、これにメタンガスを 5 SLM 、三塩化ホウ素 2 L/min 、アンモニア 5 L/min で供給し、PBN にカーボンをドーピングしたドーピング層を形成し、これを冷却後取り出した。

こうしてカーボンドーピング層を形成した PBN 製二重容器の 4800 cm^{-1} の光の透過率を測定し、これらの結果を表 1 に合せて示す。

また、実施例 1 と同様に容器中にアルミニウムを入れ、超高真空の MBE 装置内の分子線発生装置内で溶解し、 1100°C に保った。この時に要した電力も表 1 に併記する。

【0043】

表 1 の結果を見れば明らかなように、カーボンをドーピングした実施例 2 の二重容器の内容容器では、カーボン元素が輻射光を吸収するためにその透過率が非常に小さくなる。したがって、この容器を二重容器の内容容器に用いれば、より輻射光が吸収されるために、内容器の温度が低下せず、熱効率がよく、分子ビームを安定させることができる。

【0044】

(実施例 3)

次に、上記実施例 1 と同様な条件、方法で容器を製造した。但し、外容器の蒸着時間を内容器の半分の時間で CVD 反応させて外容器の厚さを 0.4 mm とした。

この厚さの異なる PBN 製二重容器の 4800 cm^{-1} の光の透過率を測定し

、これらの結果を表 1 に合せて示す。

また、実施例 1 と同様に中にアルミニウムを入れ、超高真空の M B E 装置内の分子線発生装置内で溶解し、1 1 0 0 ℃に保った。この時に要した電力も表 1 に併記する。

【 0 0 4 5 】

表 1 の結果を見れば明らかなように、厚さの薄い外容器では光が吸収されず、その透過率が非常に大きくなる。従って、この二重容器を用いれば、内側の容器でより輻射光が吸収されるため、内容器の温度が低下せず、熱効率がよく、分子ビームを安定化させることができる。

【 0 0 4 6 】

(比較例 1)

次に、上記実施例 1 の製造工程のうち、内容器及び外容器ともに同様な厚さ、表面状態の二重容器を製造した。その時の各透過率、アルミニウムを入れて超高真空の M B E 装置内の分子線発生装置内で溶解し、1 1 0 0 ℃に保った時に要した電力を表 1 に併記する。

【 0 0 4 7 】

表 1 の結果を見れば明らかなように、実施例 1、2、3 の二重容器の消費電力は、比較例 1 に比べて低いことが判る。

また、実施例 1、2、3 の二重容器では、切電による急冷却によって溶解した原料融液が漏出するといった事故も発生しなかった。

【 0 0 4 8 】

【表 1】

		実施例 1	実施例 2	実施例 3	比較例 1
内 容 器	厚さ (mm)	0.8	0.8	0.8	0.8
	透過率 (%)	6	3	9	9
外 容 器	厚さ (mm)	0.8	0.8	0.4	0.8
	透過率 (%)	9	9	30	9
内容器の透過率/ 外容器の透過率 × 100 (%)		67	33	30	100
消費電力 (1100℃)		100W	80W	85W	120W

【0049】

なお、本発明は、上記実施形態に限定されるものではない。上記実施形態は、例示であり、本発明の特許請求の範囲に記載された技術的思想と実質的に同一な構成を有し、同様な作用効果を奏するものは、いかなるものであっても本発明の技術的範囲に包含される。

【0050】

例えば、上記説明では二重容器の内容器の $2600\text{ cm}^{-1} \sim 6500\text{ cm}^{-1}$ の光の透過率を、外容器の90%以下にする方法として、三つの方法を挙げ、それぞれ個別に説明したが、これらの方法は組み合わせて同時に実施してもよく、より高精度に透過率を制御した二重容器を形成することも可能である。また、PBNのCVD反応中に析出するPBN密度を変えることで、透過率を制御することも可能である。

【0051】

【発明の効果】

本発明は、分子線エピタキシャル法で用いられる熱分解窒化ホウ素製分子線源二重容器の内容器の、 $2600\text{ cm}^{-1} \sim 6500\text{ cm}^{-1}$ の光の透過率を、外容器の90%以下としたもので、分子線が安定して発生し、温度制御性、加熱効率がよく、しかも安定使用が可能である。また、消費電力を低化させ、コストの削減ができる。

【0052】

従って、分子線を長期に安定化できる熱分解窒化ホウ素製二重容器を、簡単かつ低コストで提供し、分子線エピタキシー操業の安定化とエピタキシャル膜の品質向上をはかり、繰り返し昇降温しても、また非常の停止時も容器破損によるトラブルのないものとすることができる。この二重容器を用いてMBE法によって、エピタキシャル膜の製造を行えば、表面欠陥の少ない良質のエピタキシャル膜を長期に渡って育成することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】

本発明の二重容器を装着した分子線発生装置を用いてMBE成長を行う方法の説明図である。

【図2】

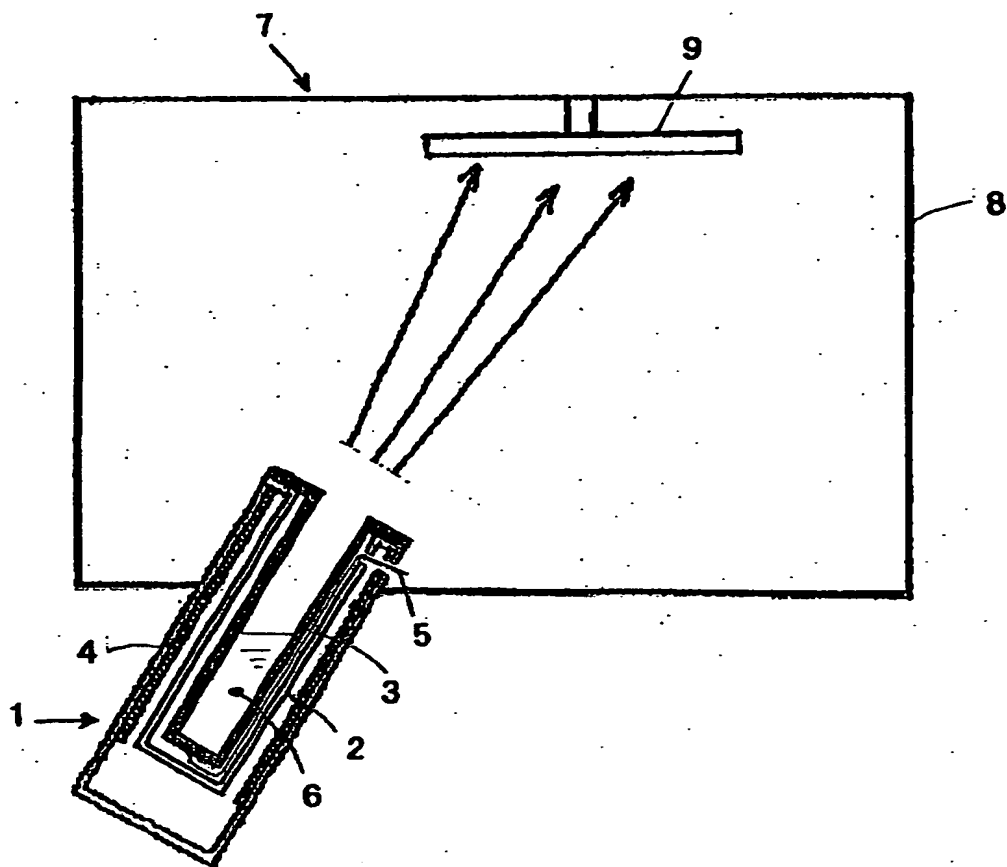
CVD反応によりMBE法のPBN製二重容器を作製するCVD反応炉の概略断面図である。

【符号の説明】

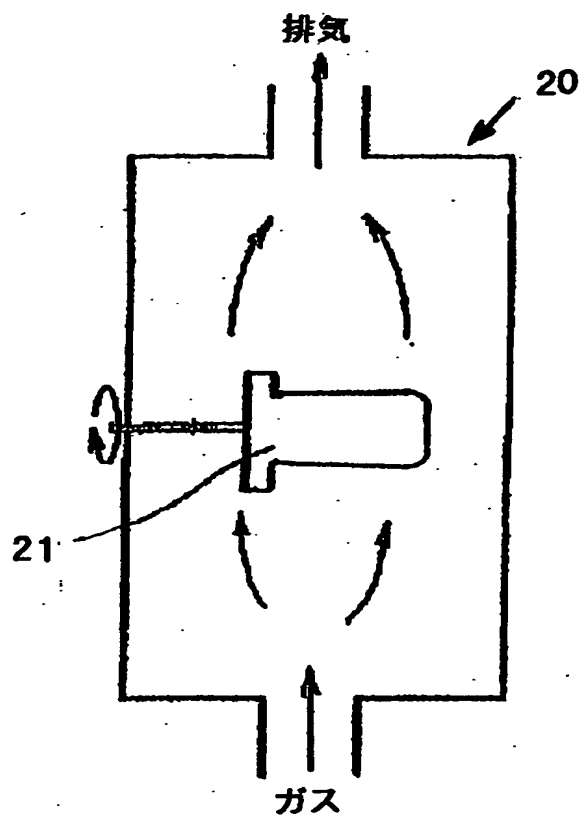
- 1…分子線発生装置、 2…PBN製外容器、 3…PBN製内容器、
4…ヒータ、 5…熱電対、 6…分子線原料、 7…MBE装置、
8…チャンバー、 9…ウエーハ、
20…CVD炉、 21…グラフアイト製心金。

【書類名】 図面

【図 1】



【図 2】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 分子線が安定して発生し、温度制御性がよく、加熱効率もよく、しかも安定使用が可能な熱分解窒化ホウ素製二重容器を、簡単かつ低コストで提供し、分子線エピタキシー操業の安定化とエピタキシャル膜の品質向上をはかり、繰り返し昇降温しても、また非常の停止時も容器破損によるトラブルのないものとする。

【解決手段】 分子線エピタキシーで用いる分子線源用熱分解窒化ホウ素製二重容器において、該熱分解窒化ホウ素製二重容器の内容器の、波数 2600 cm^{-1} ～ 6500 cm^{-1} の光の透過率が、外容器の90%以下であることを特徴とする熱分解窒化ホウ素製二重容器。

【選択図】 なし

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000002060]

1. 変更年月日	1990年 8月22日
[変更理由]	新規登録
住 所	東京都千代田区大手町二丁目6番1号
氏 名	信越化学工業株式会社